

Method of coating hollow bodies

No. Publication (Sec.) : DE3632748
Date de publication : 1988-04-07
Inventeur : PLEIN PETER (DE)
Déposant :: VER ZUR FOERDERUNG DES INST FU (DE)
Numéro original : DE3632748
No. d'enregistrement : DE19863632748 19860926
No. de priorité : DE19863632748 19860926
Classification IPC : B05D7/22 ; B05D3/14 ; B05D7/02 ; B05D7/24 ; B05D1/02 ; C08F2/52 ; H05H1/46
Classification EC : C08F2/52, B05D7/22C, B05D7/24E
Brevets correspondants :

Abrégé

The invention is based on the idea of developing a method which offers the possibility of providing hollow bodies of plastics or other non-microwave-active materials (for example glass) with diffusion-inhibiting coatings. As a result, on the one hand diffusion barrier effects are to be achieved, as are accomplished by processes such as sulphonation and fluorination, on the other hand their fundamental disadvantages are to be avoided and, consequently, the coating method is to be made less expensive. This object is achieved according to the invention by the hollow body to be coated being placed in a vacuum chamber which at the same time is designed as a microwave applicator. The coating is performed by the process of plasma polymerisation. This involves introducing monomers into a plasma. Excitations induced by the plasma cause the formation of monomer radicals, which subsequently polymerise out on surfaces and are deposited there as micropore-free, highly crosslinked layers. After introducing the hollow body, the entire vacuum chamber together with the hollow body to be coated is evacuated to the necessary operating pressure. Microwaves are fed into the vacuum chamber from outside at several points and additional measures are taken to ensure that a homogeneous electric field prevails in the vacuum chamber.

Données fournies par la base d'esp@cenet - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑯ BUNDESREPUBLIK

DEUTSCHLAND



DEUTSCHES

PATENTAMT

Offenlegungsschrift

⑮ DE 3632748 A1

⑯ Int. Cl. 4:

B 05 D 7/22

B 05 D 3/14

B 05 D 7/02

B 05 D 7/24

B 05 D 1/02

C 08 F 2/52

H 05 H 1/46

⑯ Aktenzeichen: P 36 32 748.4

⑯ Anmeldetag: 26. 9. 86

⑯ Offenlegungstag: 7. 4. 88

Behördeneigentum

⑰ Anmelder:

Vereinigung zur Förderung des Instituts für
Kunststoffverarbeitung in Industrie und Handwerk
an der Rhein.-Westf. Technischen Hochschule
Aachen eV, 5100 Aachen, DE

⑰ Erfinder:

Plein, Peter, 5100 Aachen, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verfahren zur Beschichtung von Hohlkörpern

Der Erfindung liegt die Idee zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, das die Möglichkeit bietet, Hohlkörper aus Kunststoffen oder anderen nicht mikrowellenaktiven Materialien (z. B. Glas) mit diffusionshemmenden Schichten zu versehen. Hierdurch sollen zum einen Diffusionssperrwirkungen erreicht werden, wie sie mit Verfahren wie Sulfonieren und Fluorieren erzielt werden, zum anderen sollen deren prinzipielle Nachteile vermieden und dadurch das Beschichtungsverfahren kostengünstiger gestaltet werden.

Diese Aufgabe wird erfahrungsgemäß dadurch gelöst, daß der zu beschichtende Hohlkörper in eine Vakuumkammer eingebracht wird, die gleichzeitig als Mikrowellenapplikator ausgebildet ist. Die Beschichtung erfolgt mit dem Verfahren der Plasmapolymerisation. Hierbei werden Monomere in ein Plasma eingeleitet. Aufgrund von Anregungen durch das Plasma bilden sich Monomerradikale, die anschließend auf Oberflächen auspolymerisieren und sich dort als mikroporenfreie, hochvernetzte Schichten abscheiden. Nach dem Einbringen des Hohlkörpers wird die gesamte Vakuumkammer zusammen mit dem zu beschichtenden Hohlkörper auf den notwendigen Arbeitsdruck evakuiert. Von außen werden an mehreren Stellen Mikrowellen in die Vakuumkammer eingespeist, durch zusätzliche Maßnahmen wird dafür gesorgt, daß ein homogenes elektrisches Feld in der Vakuumkammer herrscht.

DE 3632748 A1

DE 3632748 A1

1. Verfahren zur Beschichtung von Hohlkörpern mit polymeren Deckschichten, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtung mit dem Verfahren der Plasmapolymerisation erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die zu beschichtenden Hohlkörper aus nicht mikrowellenaktiven Kunststoffen bestehen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die zu beschichtenden Hohlkörper aus anderen nicht mikrowellenaktiven Materialien bestehen.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die zu beschichtenden Hohlkörper aus schwach mikrowellenaktiven bzw. durch den Zusatz von Ruß schwach mikrowellenaktiv gemachten Kunststoffen bestehen.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Beschichtung nur auf den Innenseiten der Hohlkörper erfolgt.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß ein Plasma in einem Plasmareaktor mit Metallwänden gezündet wird und daß die Anregung des Plasmas durch von außen eingekoppelte Mikrowellen erfolgt.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Plasmareaktor als Vakuumgefäß ausgeführt ist.
8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Plasmareaktor so ausgelegt ist, daß in seinem Innern ein möglichst homogenes Mikrowellenfeld und damit ein homogenes Plasma herrscht.
9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der zu beschichtende Hohlkörper evakuiert wird, während eine ihn umgebende Mikrowellenkammer nicht evakuiert wird, so daß ein Plasma nur im Innern des Hohlkörpers brennt.
10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das im Plasma zu polymerisierende Monomere über eine Monomer-Einspritzdüse ins Innere des zu beschichtenden Hohlkörpers injiziert wird.
11. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Mikrowellenkammer zwecks schnelleren Öffnens und Schließens mehrgeteilt ist und durch geeignete Schnellverbindungen mikrowellendicht verschlossen werden kann.
12. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß während der Beschichtung als Trägergas des Plasmas Sauerstoff, Stickstoff, Helium oder Argon zugegeben wird.
13. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die zu beschichtenden Hohlkörper vor der Beschichtung einer Vorbehandlung in einem Sauerstoffplasma unterzogen werden.
14. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die beschichteten Hohlkörper einer Nachbehandlung in einem Sauerstoffplasma oder mit Sauerstoffgas unterzogen wurde.

Dem zunehmenden Einsatz meist blasgeformter Kunststoffhohlkörper in den unterschiedlichsten Bereichen sind durch die teilweise unzureichenden Sperreigenschaften der Kunststoffe gegen Gas, Dämpfe und organische Flüssigkeiten Grenzen gesetzt. Zur Verbesserung der Barriereeigenschaften sind mehrere Verfahren entwickelt worden. Eine Reihe von Verfahren basiert auf der Modifikation von Kunststoffen (Copolymerisation, Änderung der Morphologie). Andere Verfahren arbeiten mit dem Aufbau von Mehrschichtsystemen (Lamellenstrukturen, Coextrusion, Lackieren). Gerade im Bereich großvolumiger Hohlkörper — als Behältnisse für Kohlenwasserstoffe — wird eine chemische Veränderung der Oberfläche durch Sulfonieren oder Fluorieren angestrebt. Vor allem die letztgenannten Verfahren verlangen einen hohen sicherheitstechnischen Aufwand, da hierbei prozeßbedingt mit aggressiven Flüssigkeiten und Gasen (Flußsäure, Schwefelsäure, Fluorgas) gearbeitet werden muß. Außerdem bereitet die Entsorgung der Prozeßabfälle große Probleme und ist mit einem erheblichen finanziellen Aufwand verbunden.

Der Erfindung liegt die Idee zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, das die Möglichkeit bietet, Hohlkörper aus Kunststoffen oder anderen nicht mikrowellenaktiven Materialien (z.B. Glas) mit diffusionshemmenden Schichten zu versehen. Hierdurch sollen zum einen Diffusionssperrwirkungen erreicht werden, wie sie mit Verfahren wie Sulfonieren und Fluorieren erzielt werden, zum anderen sollen deren prinzipielle Nachteile vermieden und dadurch das Beschichtungsverfahren kostenünstiger gestaltet werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der zu beschichtende Hohlkörper in eine Vakuumkammer eingebracht wird, die gleichzeitig als Mikrowellenapplikator ausgebildet ist. Die Beschichtung erfolgt mit dem Verfahren der Plasmapolymerisation. Hierbei werden Monomere in ein Plasma eingeleitet. Aufgrund von Anregungen durch das Plasma bilden sich Monomerradikale, die anschließend auf Oberflächen auspolymerisieren und sich dort als mikroporenfreie, hochvernetzte Schichten abscheiden. Nach dem Einbringen des Hohlkörpers wird die gesamte Vakuumkammer zusammen mit dem zu beschichtenden Hohlkörper auf den notwendigen Arbeitsdruck evakuiert. Von außen werden an mehreren Stellen Mikrowellen in die Vakuumkammer eingespeist, durch zusätzliche Maßnahmen wird dafür gesorgt, daß ein homogenes elektrisches Feld in der Vakuumkammer herrscht.

Anschließend werden über eine mikrowellenmäßig abgeschirmte Düse entweder das zur Beschichtung vorgesehene Monomere oder ein Gemisch von Monomeren und einem Plasmaträgergas (Argon, Helium, Sauerstoff, Stickstoff) in das Innere des Hohlkörpers injiziert, so daß — angeregt durch das Mikrowellenfeld — ein Plasma gezündet und die Plasmapolymerisation durchgeführt wird.

Der eigentlichen Beschichtung vorgeschaltet werden kann eine Behandlung des Hohlkörpers in einem Sauerstoffplasma zur Reinigung und Aktivierung der Oberfläche. Desgleichen kann eine Nachbehandlung der zu beschichtenden Flächen in einem Sauerstoffplasma oder ein Spülen mit Sauerstoff vorgesehen werden, um eine weitere Verbesserung der Diffusionsschutzwirkung zu erreichen.

Verfahrensbedingt können als zu beschichtende Materialien nur mikrowellenaktive Materialien, die selbst

keine Energie aus dem Mikrowellenfeld aufnehmen,
oder nur schwach mikrowellenaktive Stoffe dienen.

Die mit dieser Erfindung erzielbaren Vorteile liegen
zum einen darin, daß der gesamte Beschichtungsprozeß
in einem geschlossenen System stattfindet. Somit sind
keine Entsorgungsmaßnahmen notwendig, eine Belas-
tung der Umwelt findet nicht statt. Die notwendigen
sicherheitstechnischen Maßnahmen beschränken sich
auf Maßnahmen zur Erzielung einer Mikrowellendich-
tigkeit der Anlage.

Zum anderen sind aufgrund der Mikroporenfreiheit
der entstehenden Schichten, ihres hohen Vernetzungs-
grades und ihrer hohen Dichte Verbesserungen der Dif-
fusionsschutzwirkung erreichbar, die die der bisher übli-
chen Verfahren übertrifft.

Zur Beschichtung von Hohlkörpern, deren Wände
hinreichend steif sind, um einer Druckdifferenz von 0,9
bar zwischen Außen- und Innenseite ohne große Ver-
formungen zu widerstehen, wird erfindungsgemäß eine
zweite Verfahrensvariante vorgeschlagen.

Hierbei besteht die Mikrowellenkammer aus zwei
oder mehreren Teilen, die mit Hilfe geeigneter Verbin-
dungen mikrowellendicht zusammengefügt werden
können. Eine Vakuumdichtigkeit der Mikrowellenkam-
mer ist nicht erforderlich.

Der zu beschichtende Hohlkörper wird in die geöff-
nete Mikrowellenkammer gebracht und mit Hilfe einer
geeigneten Vorrichtung so an eine Vakuumpumpe an-
gefliest, daß der Hohlkörper durch seine Öffnung auf
den Arbeitsdruck evakuiert werden kann. Die Mikro-
wellenkammer wird geschlossen; der Hohlkörper wird
evakuiert. Durch eine in das Absaugsystem integrierte
oder davon getrennte Monomereinspritzdüse wird das
zu verwendende Monomer und eventuell ein zusätzli-
ches Trägergas in das Innere des Hohlkörpers gebracht.
Das durch das anschließend angelegte Mikrowellenfeld
gezündete Plasma brennt nur im Innern des Hohlkör-
pers, da die erforderliche Zündspannung für ein Plasma
mit steigendem Gasdruck stark ansteigt und da der
Hohlkörper nur im Innern evakuiert ist.

Die mit diesem Teil der Erfindung erreichbaren Vor-
teile liegen zusätzlich darin, daß der vakuumtechnische
Aufwand der Anlage auf ein Minimum reduziert wird.
Außerdem können die Zykluszeiten bei der Beschich-
tung weiter reduziert werden.

Das erfindungsgemäß entwickelte Verfahren kann —
außer in dem vorstehend beschriebenen Einsatzbereich
— auch in anderen Bereichen eingesetzt werden. So
können mit dem Verfahren z.B. polymere Deckschich-
ten aufgebracht werden, die Aufgaben im Bereich des Korrosionsschutzes übernehmen. Andere realisierbare
Aufgabenbereiche sind die Erhöhung der mechanischen
Festigkeit der Oberflächen oder die Erzielung dekorati-
ver Effekte.

Die Fig. 1 und 2 zeigen zwei mögliche Ausführungs-
formen der Erfindung. Hierbei bezeichnet

- 1 ein Mikrowellengenerator,
- 2 die Mikrowelleneinkopplungen in die Beschich-
tungskammer,
- 3 die Monomereinlaßdüse,
- 4 die Vakuum- bzw. Mikrowellenkammer,
- 5 den Anschluß der Vakuumpumpen und
- 6 den lösbarer Vakuumausschluß des Hohlkör-
pers.

- Leerseite -

Nummer: 36 32 748
Int. Cl.⁴: B 05 D 7/22
Anmeldetag: 26. September 1986
Offenlegungstag: 7. April 1988

3632748

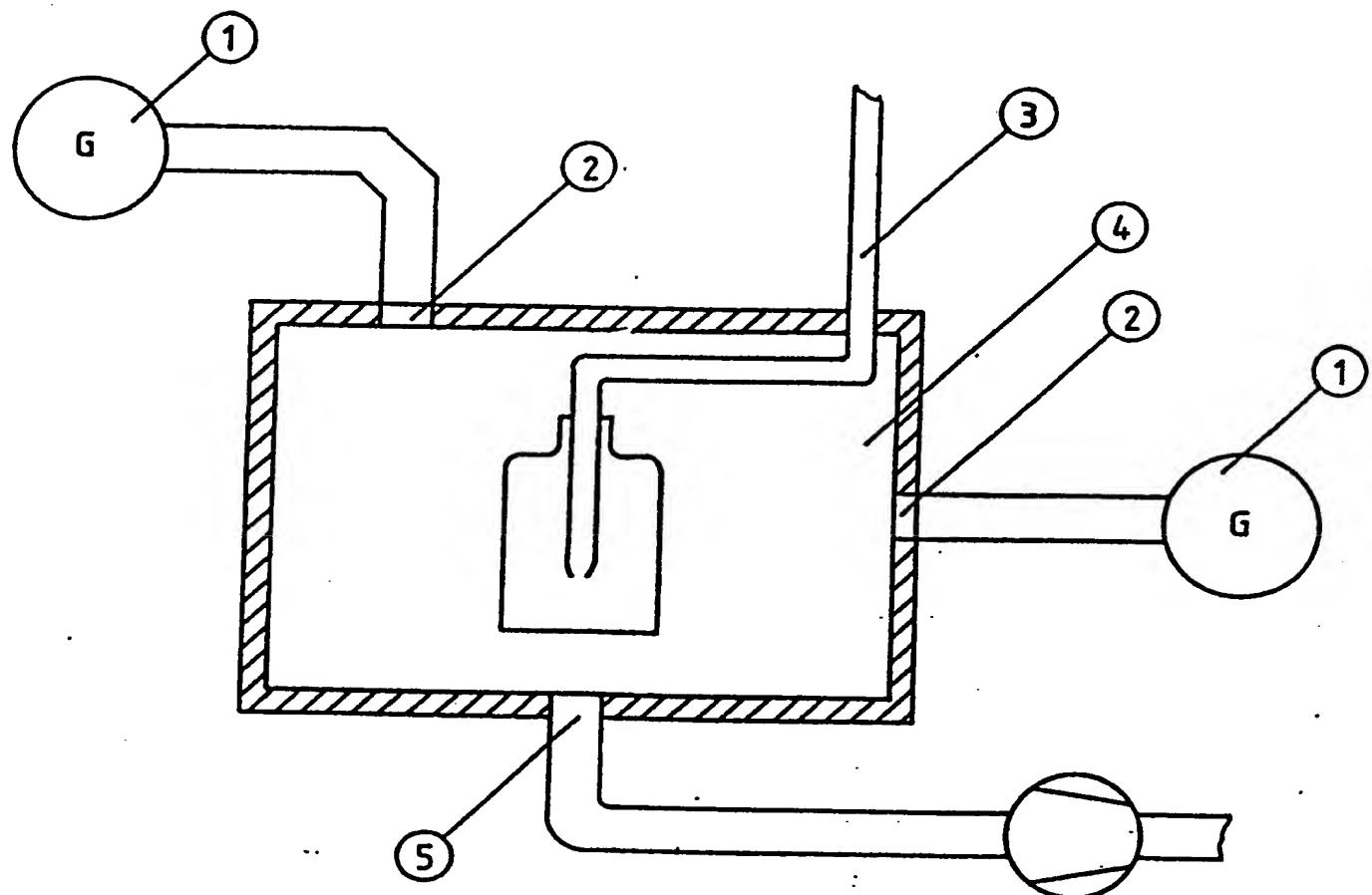


Fig. 1

Fig. 18-14
3-8

3632748

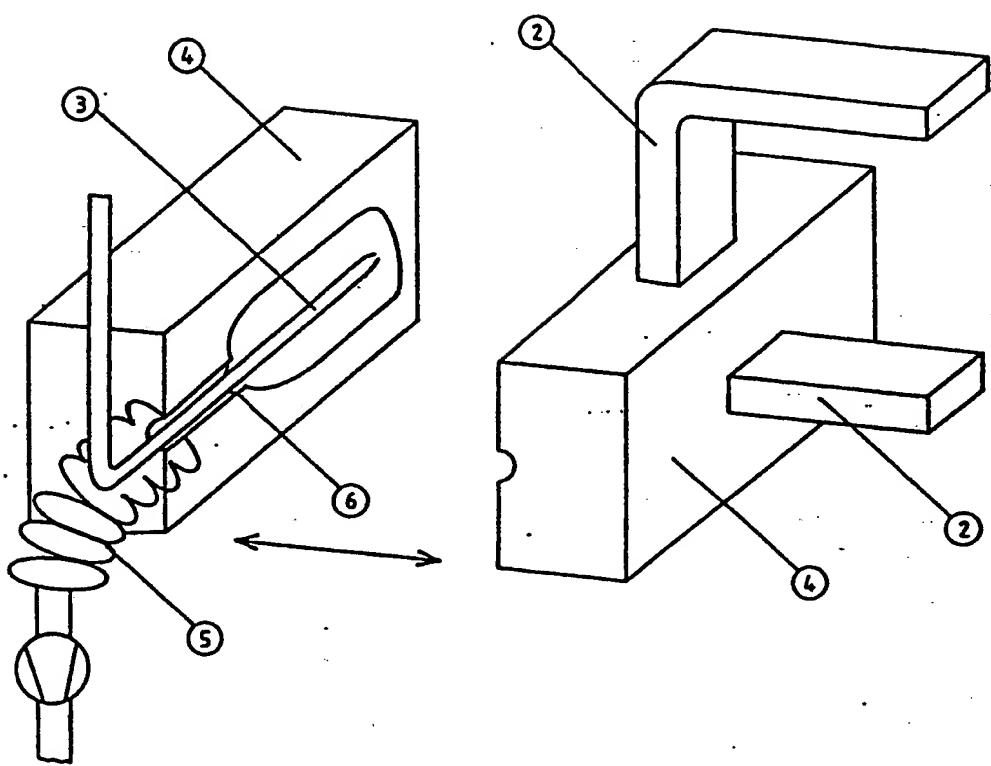


Fig. 2